

DERWENT-ACC-NO: 1996-173888

DERWENT-WEEK: 199618

COPYRIGHT 2005 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Sealing compsn. for plasma display panel - comprises crystalline glass of low m.pt. and low expansion ceramic filler, giving improved water pressure resistance and thermal strength

PATENT-ASSIGNEE: ASAHI GLASS CO LTD[ASAG]

PRIORITY-DATA: 1994JP-0166953 (July 19, 1994)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP <u>08026770</u> A	January 30, 1996	N/A	005	C03C 008/10

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP 08026770A	N/A	1994JP-0166953	July 19, 1994

INT-CL (IPC): C03C008/10

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 08026770A

BASIC-ABSTRACT:

The compsn. is composed of 70-98 wt.% of a crystalline glass powder of low m.pt. and 2-30 wt.% of low expansible ceramics filler. The thermal expansion coefft. at room temp.-300deg.C is 65-85 x 10-7/deg.C.

ADVANTAGE - Water pressure resistance property and thermal strength can be improved.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS: SEAL COMPOSITION PLASMA DISPLAY PANEL COMPRISE CRYSTAL GLASS LOW  
LOW EXPAND CERAMIC FILL IMPROVE WATER PRESSURE RESISTANCE  
THERMAL  
STRENGTH

DERWENT-CLASS: L01 V05

CPI-CODES: L01-A08; L01-L04; L03-G05;

EPI-CODES: V05-A01; V05-A01D3A;

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1996-054921

Non-CPI Secondary Accession Numbers: N1996-145984

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-26770

(43) 公開日 平成8年(1996)1月30日

(51) Int.Cl.<sup>8</sup>

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 0 3 C 8/10

審査請求 未請求 請求項の数2、OL (全5頁)

(21) 出願番号 特願平6-166953

(22) 出願日 平成6年(1994)7月19日

(71) 出願人 000000044

旭硝子株式会社

東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

(72) 発明者 田辺 隆一

神奈川県横浜市神奈川区羽沢町1150番地

旭硝子株式会社中央研究所内

(72) 発明者 前田 敬

神奈川県横浜市神奈川区羽沢町1150番地

旭硝子株式会社中央研究所内

(72) 発明者 中尾 泰昌

神奈川県横浜市神奈川区羽沢町1150番地

旭硝子株式会社中央研究所内

(74) 代理人 弁理士 泉名 謙治

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 プラズマディスプレイパネル用封着組成物

(57) 【要約】

【構成】重量%で結晶性低融点ガラス粉末70～98%と低膨張セラミックスフィラー2～30%とからなり、室温～300℃の熱膨張係数が $65 \sim 85 \times 10^{-7} \text{℃}^{-1}$ であり、結晶性低融点ガラス粉末が重量%でPbO 70～85、B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 7～10%、ZnO 7～12%、SiO<sub>2</sub> 0.5～3%、BaO 0～3%とからなり、実質的にアルカリ金属酸化物を含有しないプラズマディスプレイパネル用封着組成物。

【効果】耐水圧強度、耐熱強度に優れ、放電ガスや蛍光体の劣化がない。

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】重量%で結晶性低融点ガラス粉末70～98%と低膨張セラミックスフィラー2～30%とからなり、結晶性低融点ガラス粉末は重量%でPbO 70～85、B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 7～10%、ZnO 7～12%、SiO<sub>2</sub> 0.5～3%、BaO 0～3%、実質的にアルカリ金属酸化物を含有せず、焼成後の室温～300℃における熱膨張係数が $65\sim85\times10^{-7}\text{℃}^{-1}$ であることを特徴とするプラズマディスプレイパネル用封着組成物。

【請求項2】低膨張セラミックスフィラーは、ジルコン、アルミナ、ムライト、シリカ、チタン酸鉛、コーゼライト、β-ユークリタイト、β-スボジェメン、β-石英固溶体から選ばれた少なくとも1種である請求項1のプラズマディスプレイパネル用封着組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、低温度の熱処理により、PDP（プラズマディスプレイパネル）の基板を封着するPDP用封着組成物に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来、PDPにおける基板ガラスの封着は低融点の封着ガラスを用い、450～500℃に保持することで行われていた。

【0003】かくして封着されたパネルは、250～380℃に加熱されつつ排気され100～500 Torrでネオン等の放電ガスを封入し、封止される。

【0004】従来の封着ガラスは、基板ガラス（熱膨張係数 $85\times10^{-7}\text{℃}^{-1}$ 程度の通常のソーダ・ライム・シリカガラスが使用されている。）との熱膨張率が合わず、パネルが、割れたり、排気のときの加熱によりガラスはんだが流動したり、発泡したりしていた。また、封着組成物にアルカリ金属を含有するとプラズマガスや蛍光体の寿命を短くするという課題があった。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、この課題を解消し、パネルが割れたり、プラズマガスや蛍光体の寿命を短くすることのないPDP用封着組成物を提供することにある。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明は、重量%で結晶性低融点ガラス粉末70～98%と低膨張セラミックスフィラー2～30%とからなり、結晶性低融点ガラス粉末は重量%でPbO 70～85、B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 7～10%、ZnO 7～12%、SiO<sub>2</sub> 0.5～3%、BaO 0～3%、実質的にアルカリ金属酸化物を含有せず、焼成後の室温～300℃における熱膨張係数が $65\sim85\times10^{-7}\text{℃}^{-1}$ であることを特徴とするPDP用封着組成物である。

2

【0007】本発明において、結晶性ガラスとは、10℃/分で昇温し、封着温度（430～500℃）で2時間保持する示差熱分析で発熱ピークの生じるものをいう。

【0008】また低融点セラミックスフィラーとは熱膨張係数が、 $70\times10^{-7}\text{℃}^{-1}$ 以下であるセラミックスフィラーをいう。

【0009】本発明の組成物は、430～500℃で5分～1時間程度の加熱で、PDP用ガラス基板を封着することが可能で、接着後の280～380℃の排気時加熱により、流動したり、発泡したり機械的強度が損なわれたりすることがない。

【0010】本発明において、結晶性低融点ガラス粉末の含有量は70～98重量%の範囲である。この含有量が98重量%を超えると、低膨張フィラーの量が少なくなるため熱膨張係数が大きくなりすぎ、基板ガラスと熱膨張係数が合わず、封着後封着組成物側に引張応力が残り割れやすい。

【0011】結晶性低融点ガラス粉末の含有量が70重量%未満では、ガラス分が少なく、流動性が悪くなり封着部の気密性が損なわれる。

【0012】この結晶性低融点ガラス粉末の組成は重量%で次の範囲にある。

【0013】PbO	70～85%
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7～10%
ZnO	7～12%
SiO <sub>2</sub>	0.5～3%
BaO	0～3%

かつ、アルカリ金属酸化物を実質的に含有しないものである。

【0014】かかる組成において、PbOの含有量が70重量%未満では、軟化点が高くなりすぎ流動性が悪く、封着部の強度、気密性が損なわれる恐れがある。

【0015】一方、PbOの含有量が85重量%を超えると、軟化点が低くなりすぎ、高温での強度が弱くなり、封着語の工程である排気等の工程における加熱により封着部の気密性が損なわれる恐れがある。

【0016】B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の含有量が7重量%未満では軟化点が高くなりすぎ、流動性が悪くなる。一方、その含有量が10重量%を超えると、化学的耐久性が悪くなる。

【0017】SiO<sub>2</sub>の含有量が0.5重量%未満では熔融中に失透する恐れがあり、3重量%を超えると軟化点が高くなりすぎ流動性が悪くなる。

【0018】ZnOの含有量が7重量%未満では、軟化点が高くなりすぎ結晶化しにくくなり、一方、12重量%を超えるとガラス熔融中に失透を生成しやすくなる。

【0019】BaOは必須ではないがガラス基板との接着性を向上させる効果がある。しかし、3%を超えると熱膨張係数が大きくなりすぎる。

【0020】アルカリ金属酸化物については、プラズマ

3

イオンが封着フリットを衝撃してアルカリ金属をたたき出して、アルカリ金属がプラズマガスや蛍光体の寿命を悪くするため、アルカリ金属酸化物は実質的に含まれない。不純物等として含有するアルカリ金属酸化物は、0.1%以下であれば実用上問題ない。

【0021】一方、低膨張セラミックスフィラーとしては、ジルコン、アルミナ、ムライト、シリカ、チタン酸鉛、コーゼライト、 $\beta$ -ユークリアタイト、 $\beta$ -スボジメン、 $\beta$ -石英固溶体から選ばれた少なくとも1種が好ましく、総量で2~30重量%添加される。低膨張セラミックスフィラーの含有量が30重量%を超えると封着時の流動性が悪くなる。低膨張セラミックスフィラーの含有量が2重量%未満では、熱膨張係数を基板ガラスに合わせることが難しく、強度的にも弱くなる。かかるセラミックスフィラーのうちジルコン、チタン酸鉛は封着強度を向上するので特に望ましい。

【0022】また室温~300℃における封着組成物の熱膨張係数は $65\sim85\times10^{-7}\text{℃}^{-1}$ の範囲にある。熱膨張係数がこの範囲外では基板ガラス、あるいは封着組成物側に引張応力が働き、耐圧強度が低下する。

【0023】

【実施例】常法にしたがって、原料を調合、混合し、1000~1200℃で熔融した。次いで水砕またはフレーク状とした。これをボールミルにて所定時間粉碎し、表1に示す組成(単位:重量%)の結晶性ガラス粉末を製造した。次いでこの結晶性ガラス粉末、低膨張セラミックスフィラーを表1に示す重量割合で混合し、例1~6記載の封着用組成物を調整した。この封着組成物についてフローボタン径、接着残留歪、熱膨張係数を測定した結果を表1に示す。比較例として表記載の封着組成物を調整し、同様の測定を行い、その結果を表2に示す。表1、2におけるフローボタン径等は次のようにして測定した。

【0024】フローボタン径:封着時の組成物の流動性を示すもので、封着組成物の試料粉末6.5gを直径12.7mmの円柱状に加圧成形後、表の焼成温度の欄に記載の温度で15分間加熱し、その際に流動した直径である。このフローボタン径は20mm以上であることが望ましい。

【0025】接着残留歪:封着組成物にビヒクル(酢酸イソアミルにニトロセルロース1.2%を溶解した溶液)を重量比11.5:1の割合で混合してペーストと

4

し、該ペーストを基板ガラス片の上に塗布し、フローボタンの場合と同じスケジュールで焼成した後、基板ガラス片と封着組成物との間に発生した残留歪をポーリメーターを用いて測定した(単位: $\text{m}\mu/\text{cm}$ 、「+」は封着組成物が圧縮歪、「-」は封着用組成物が引張歪)。

【0026】望ましい残留歪の範囲は $-100\text{m}\mu/\text{cm}\sim+500\text{m}\mu/\text{cm}$ である。

【0027】熱膨張係数:封着組成物をフローボタンと同じスケジュールで焼成後、所定寸法に研磨して熱膨張計による測定を行った。昇温速度 $10\text{℃}/\text{分}$ の条件で、伸びの測定を行い、室温~300℃までの熱膨張係数を算出した(単位: $\times10^{-7}\text{℃}^{-1}$ )。基板ガラスとの熱膨張特性のマッチングを考慮するとこの値は65~85の範囲であるのが好ましい。

【0028】次いでこの封着組成物をあらかじめ放置電極、リブ等を形成した基板ガラスの周縁部の間に介在させ、450~500℃15分間保持して基板ガラスどうしを封着し、パネルを製造した。このパネルについて、耐水圧強度、耐熱強度の測定した結果を表1、2に示した。耐水圧強度、耐熱強度の測定法は次のとおりである。なお、使用した基板ガラスは、室温~300℃までの熱膨張係数が約 $80\times10^{-7}\text{℃}^{-1}$ であった。

【0029】耐水圧強度:パネルの内外に水による圧力差を与えて破壊する時の圧力差を測定した(単位: $\text{kg}/\text{cm}^2$ 、5個の平均値)。パネルとしての強度を保証するために、通常この強度が $3\text{kg}/\text{cm}^2$ 以上であることが好ましい。

【0030】耐熱強度:パネルの内外に水と湯による温度差を与えて測定した(単位: $\text{℃}$ 、5個の平均値)。

【0031】PDPパネルを製造する際の熱処理工程で発生する熱応力を考慮すると、通常この強度は45℃以上であることが望ましい。

【0032】蛍光体寿命:1万時間の点灯試験を行い、それにより劣化の認められないものを良、劣化の認められたものを悪とした。

【0033】表1から本発明に係る封着組成物は従来以上の特性を有し、短時間で封着が可能であることがわかる。

【0034】

【表1】

		実 施 例							
		例1	2	3	4	5	6	7	8
ガラス組成 (wt%)	PbO	76	77	83	73	81	80	77.5	76
	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10	8	7	10	8.5	8	10.5	9
	ZnO	11	12	8	12	7	10.5	10	10.5
	SiO <sub>2</sub>	2.0	3	1.5	3	0.5	1.0	2	1.5
	BaO	1.0	0	0.5	2	3	0.5	0	2
構成 (wt%)	ガラス	81	85	70	98	75	91	83	73
	ジルコン	19	0	5	0	0	1	2	6
	コージェライト	0	0	0	0	0	8	0	10
	アルミナ	0	0	5	0	0	0	0	0
	ムライト	0	0	0	0	5	0	0	0
	チタン酸鉛	0	15	0	0	10	0	5	12
	シリカ	0	0	20	0	0	0	0	0
	β-ユークリプタイト	0	0	0	0.5	5	0	0	0
	β-スボジュメン	0	0	0	0.5	5	0	0	0
	β-石英固溶体	0	0	0	1	0	0	0	0
焼成温度 (℃)		450	470	430	500	470	450	480	470
フローボタン径		20.6	22.0	21.5	20.2	20.5	20.3	21.0	20.6
接着残留量 (■μ/cm)		+50	+120	+480	+20	+80	+250	+150	+300
熱膨張係数 (×10 <sup>-7</sup> /℃)		80	79	65	82	78	72	75	70
耐水圧強度 (kg/cm <sup>2</sup> )		3.5	4.0	4.6	3.2	3.8	4.1	3.9	4.3
耐熱強度 (℃)		49	55	260	46	50	56	48	58
蛍光体寿命		良	良	良	良	良	良	良	良

【0035】

【表2】

(5)

特開平8-26770

7

8

		比 較 例			
		1	2	3	4
ガラス組成 (wt%)	PbO	85	78	79	75
	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6	8	8	8.5
	ZnO	8	10	9.5	10.5
	SiO <sub>2</sub>	1	1.5	2.5	1
	BaO	0	2.5	1	0
構成 (wt%)	ガラス	70	99	60	80
	ジルコン	0	0	10	15
	フコージェライト	0	1	0	2
	アルミナ	0	0	0	3
	ムライト	0	0	0	0
	チタン酸鉛	10	0	0	0
	シリカ	0	0	25	0
	β-ユークリプタイト	20	0	0	0
	β-スボジュメン	0	0	5	0
	β-石英固溶体	0	0	0	0
焼成温度 (℃)		480	480	480	480
フローボタン径		21.0	23.5	18.0	22.5
接着残留量 (μm/cm)		-150	-200	+250	+100
熱膨張係数 (×10 <sup>-7</sup> /℃)		88	91	72	83
耐水圧強度 (kg/cm <sup>2</sup> )		2.8	2.5	1.6	3.0
耐熱強度 (℃)		38	40	30	46
蛍光体寿命		良	良	良	悪

10

20

30

【0036】

【発明の効果】本発明による封着組成物を使用して封着したPDPパネルは、耐水圧強度、耐熱強度に優れ、熱膨張率がマッチングしているため、パネルの反りが無いという優れた効果がある。さらに放電ガスや蛍光体の寿命も良いという優れた効果がある。

フロントページの続き

(72)発明者 伊藤 節郎  
神奈川県横浜市神奈川区羽沢町1150番地  
旭硝子株式会社中央研究所内